

**ТЕОРЕТИЧЕСКОЕ ИЗУЧЕНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ
ОПРЕДЕЛЕНИЯ РЕНИЯ В МОЛИБДЕНОВЫХ КОНЦЕНТРАТАХ
МЕТОДОМ АТОМНОЙ ЭМИССИИ С ИНДУКТИВНО
СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ**

Стасик А.А.^(1,2), Пупышев А.А.⁽¹⁾, Печищева Н.В.⁽²⁾

⁽¹⁾ Уральский федеральный университет

620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

⁽²⁾ Институт Металлургии УрО РАН

620016, г. Екатеринбург, ул. Амундсена, д. 101

С использованием метода термодинамического моделирования и алгоритма моделирования, изложенного в [1], теоретически изучены особенности определения рения в молибденовых концентратах с использованием атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (способ аксиального наблюдения плазмы).

Изучение влияния матричного состава пробы на интенсивность спектральной линии Re II 227.525 нм в температурном диапазоне 6500-7500 К показало возможность значимого снижения аналитического сигнала по сравнению с безматричными растворами рения, что обусловлено ионизационными помехами от состава пробы и фактически совпадает с экспериментом.

Первоначально по справочным данным были выбраны на условиях гомологичности спектральных линий возможные элементы для внутреннего стандарта: Ta, Ru, Gd и Ge. Для теоретической оценки эффективности действия внутреннего стандарта варьировали основные операционные параметры разряда: скорость пробоподающего потока аргона, вкладываемую в разряд мощность и скорость распыления образца, что приводит к изменению температуры плазмы, количества аэрозоля, попадающего в плазму, и времени пребывания аналита в плазме. Подобным способом теоретические расчеты могут моделировать колебания операционных условий анализа. Показано, что при использовании внутреннего стандарта аналитический сигнал рения (относительная интенсивность спектральных линий) становится значительно стабильнее и выбранные элементы примерно одинаково эффективны.

Проведенные расчеты позволили ускорить экспериментальную разработку методики определения рения в молибденовых концентратах.

1. Пупышев А.А., Данилова Д.А. Термодинамическое моделирование для метода атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой. Г. Екатеринбург: ГОУ ВПО УГТУ-УПИ, 2005. 85 с.

РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ РЕНИЯ В МОЛИБДЕНОВЫХ КОНЦЕНТРАТАХ МЕТОДОМ АТОМНОЙ ЭМИССИИ С ИНДУКТИВНО СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ

Стасик А.А.^(1,2), Пупышев А.А.⁽¹⁾, Печищева Н.В.⁽²⁾

⁽¹⁾ Уральский федеральный университет
620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

⁽²⁾ Институт Металлургии УрО РАН
620016, г. Екатеринбург, ул. Амундсена, д. 101

Для определения низких концентраций рения в молибденовых концентратах обычно используется способ разложения концентратов спеканием с щелочными плавнями и колориметрический анализ [1], либо прием отделения рения от матрицы пробы и анализ методом атомной эмиссии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-АЭС). Данные методики анализа отличаются существенной трудоемкостью. Для определения массовой доли (0.001–0.04 %) рения в молибденовых концентратах нами был выбран прямой метод ИСП-АЭС с аксиальным наблюдением плазмы и использованием спектрометра Optima 2100.

Для разработки методики анализа подобран подходящий способ разложения концентратов, выбраны оптимальные операционные условия определения рения методом ИСП-АЭС [2], экспериментально изучены матричные помехи, подобран внутренний стандарт, набран статистический материал для аттестации методики.

Экспериментально изучены способы кислотного разложения и спекания молибденовых концентратов с различными плавнями [3] и выбран способ спекания с оксидом магния и минимальной добавкой пероксида натрия, позволяющий полностью разлагать пробу.

Ионизационные помехи матричных элементов и плавней были устранены введением добавки натрия, в тех же количествах что и в пробах, в образцы сравнения при построении градуировочной зависимости. Разработанная методика позволяет определять 0.001-0.04 мас. % рения в молибденовых концентратах с характеристиками погрешности не хуже чем по ГОСТ 2082.16-81.

1. ГОСТ 2082.16-81. Концентраты молибденовые. Метод определения рения. М.: Изд-во стандартов, 1982. 77 с.